

AN 1998-112239 [11] WPIDS
DNC C1998-036914
TI New phosphite heat and oxidation stabilisers for organic compounds - are resistant to hydrolysis and provide greater resistance to discolouring effects of oxide(s) of nitrogen.
DC A60 E11 G02 G03 H07
IN FUKUDA, K; INUI, N; KIKUCHI, T; SANADA, T
PA (SUMO) SUMITOMO CHEM CO LTD
CYC 22
PI EP 823435 A2 19980211 (199811)* EN 23
R: AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE
JP 10273494 A 19981013 (199851) 23<--
US 5889095 A 19990330 (199920)
KR 98018570 A 19980605 (199923)
EP 823435 B1 20011121 (200176) EN
R: CH DE FR GB LI
DE 69708411 E 20020103 (200210)
TW 482765 A 20020411 (200313)
ADT EP 823435 A2 EP 1997-305907 19970804; JP 10273494 A JP 1997-149270 19970606; US 5889095 A US 1997-905329 19970804; KR 98018570 A KR 1997-38169 19970805; EP 823435 B1 EP 1997-305907 19970804; DE 69708411 E DE 1997-608411 19970804; EP 1997-305907 19970804; TW 482765 A TW 1997-111014 19970801
FDT DE 69708411 E Based on EP 823435
PRAI JP 1996-205738 19960805
AN 1998-112239 [11] WPIDS
AB EP 823435 A UPAB: 19980316
New phosphite stabilisers are of formula (I). In (I): R1, R2, R4 and R5 = H, 1-8C alkyl, 5-8C cycloalkyl, 6-12C alkylcycloalkyl, 7-12C aralkyl or phenyl; R3 = H or 1-8C alkyl; X = a direct bond, S or -CHR6-; R6 = H, 1-8C alkyl or 5-8C cycloalkyl; A = 2-8C alkylene or *-COR7; * = a bond to oxygen; R7 = a direct bond or 1-8C alkylene; one of Y and Z = OH, 1-8C alkoxy or 7-12C aralkyloxy; and the other of Y and Z = H or 1-8C alkyl.
USE - Used as an active ingredient in a stabiliser for an organic material, preferably a thermoplastic resin, e.g. a polyolefin or an engineering resin (claimed), and also for natural and synthetic rubbers, mineral and lubricating oils, adhesives and paints.
ADVANTAGE - The phosphite is resistant to hydrolysis and it provides improved resistance to degradation by heat, oxidation and nitrogen oxide (NOx) gas.

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P) (12) 公開特許公報 (A) (11) 特許出願公開番号
特開平 10-273494
 (43) 公開日 平成 10 年 (1998) 10 月 13 日

(51) Int. Cl. ⁴	国際記号	F I	Z
C 07 F 9/0574		C 07 F 9/0574	
9/0578		9/0578	
C 08 K 5/527		C 08 K 5/527	
C 08 L 23/00		C 08 L 23/00	
101/00		101/00	

審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 23 頁) 最終頁に続く

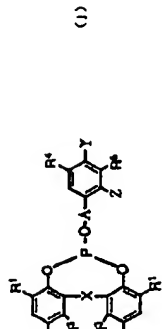
(21) 出願番号	特開平 9-148270	(71) 出願人	000002833 住友化学工業株式会社
(22) 出願日	平成 9 年 (1997) 6 月 6 日	(72) 発明者	大塚市大塚市中央区北浜 4 丁目 5 番 33 号 乾 直樹
(31) 優先権主張番号	特開平 9-205728	(72) 発明者	大塚市此花区春日出中 3 丁目 1 番 88 号 住 友化学工業株式会社内 新池 成利
(32) 優先日	平 8 (1996) 8 月 5 日	(72) 発明者	大塚市此花区春日出中 3 丁目 1 番 88 号 住 友化学工業株式会社内 堀田 知枝子
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(72) 発明者	大塚市此花区春日出中 3 丁目 1 番 88 号 住 友化学工業株式会社内 友化学工業株式会社内
		(74) 代理人	井理士 久保山 豊 (外 1 名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 重リン酸エステル類、その製造法及びその用途

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 有機材料の劣化防止剤等として有用な重リン酸エステル類を開発する。

【解決手段】 次式 (I)

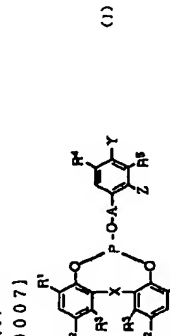


(3)

しも充分満足し得るものではなく、またNOxガスに対する耐着色性に関しても十分ではなく、より一層優れた酸化防止剤の開発が求められていた。

(005) 本発明者らは、加水分解の速けがなくなると、熱安定性や酸化劣化や H_2O_2 ガスに対する安定性を失くす一方向に走らせたとされたリン系化合物を調査し、リン系化合物についてこれらを阻害することを見出し、カルボニルカルポールオリキアルキルベンジ基の代わりに、カルポニルカルポールオリキレン基を有するという特定の形状並行二酸塩又はカルキレン基を有するいくつかの構造を示すことを見出し、本発明を完成した。

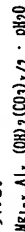
[0006]



(11)

2の数值を、A¹⁰は、如数nのアニオンを表す。)ここで、A¹⁰で示される如数nのアニオンの具体例としては、例えばEDH⁻、Cl⁻、Br⁻、I⁻、ClO₄⁻、HC₃O₃⁻、C₆H₅COO⁻、CO₃²⁻、⁻OOC⁻、(CH₃COO)₂²⁻、C₆H₅(COO)₂²⁻、(CH₃COO)₂²⁻、CH₃CH₂COO⁻、SiO₄²⁻、SiO₄⁴⁻、Fe(CN)₆⁴⁻、BO₃³⁻、PO₃³⁻、HPO₄²⁻等が挙げられる。

上記一般式で表される中で、特に好ましいものとして、例えば下式で表されるハイドロタルサイト群が挙げられる。



(式中、x、pは、飽和と同じ意味を表す)

ハイドロタルサイト群は、天然物であっても、合成品であっても良く、またその結晶構造、結晶粒子径などを問わず使用することができ、さらに特開平6-428330号公報に記載の超微細酸化亜鉛、特開平7-278164号公報に記載の無機化合物等も使用することができ、酸結合金属塩の亜リン酸エステル類(1)に対する使用比率は、通常、0.1~25重量%程度である。

[0051]本発明の亜リン酸エステル類(1)は、有機材料の熱劣化および酸化劣化等に対して安定化するのにも有効である。本発明により安定化することができ、有機材料としては、例えば次のようなものが挙げられ、それぞれ単独のもの、あるいは二種以上の配合物を安定化することができ、これらの有機材料に限定されるものではない。

[0052] (1) ポリエチレン、例えば高密度ポリエチレン(HD-PE)、低密度ポリエチレン(LD-PE)、直鎖状低密度ポリエチレン(LLDPE)、ポリプロピレン、(2) メチルペンテンポリマー、(4) EEA(エチレン/アクリル酸エチル共重合)樹脂、(5) エチレン/酢酸ビニル共重合樹脂、(6) ポリスチレン、例えばポリスチレン、ポリ(p-メチルスチレン)、ポリ(α-メチルスチレン)、(7) AS(アクリロニトリル/スチレン共重合)樹脂、(8) ABS(アクリロニトリル/ブタジエン/スチレン共重合)樹脂、(9) AAS(特殊アクリルゴム/アクリロニトリル/スチレン共重合)樹脂、(10) ACS(アクリロニトリル/塩素化ポリエチレンスチレン共重合)樹脂。

[0053] (11) 塩素化ポリエチレン、ポリクロロブレン、塩素化ゴム、(12) ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニレン、(13) メタクリル樹脂、(14) エチレン/ビニルアルコール共重合樹脂、(15) フッ素樹脂、(16) ポリアセタール、(17) グラフト化ポリフエニレン/ポリエーテル、(18) ポリエーテル/ポリフエニレン/アクリルアミド樹脂、(19) ポリウレタン、(20) ポリアミド、(21) ポリエステル樹脂、例えばポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、(22) ポリカーボネート、(23) ポリアクリレート、(24) ポリスルホン、ポリエーテルエーテルケ

(12)

17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100
101
102
103
104
105
106
107
108
109
110
111
112
113
114
115
116
117
118
119
120
121
122
123
124
125
126
127
128
129
130
131
132
133
134
135
136
137
138
139
140
141
142
143
144
145
146
147
148
149
150
151
152
153
154
155
156
157
158
159
160
161
162
163
164
165
166
167
168
169
170
171
172
173
174
175
176
177
178
179
180
181
182
183
184
185
186
187
188
189
190
191
192
193
194
195
196
197
198
199
200
201
202
203
204
205
206
207
208
209
210
211
212
213
214
215
216
217
218
219
220
221
222
223
224
225
226
227
228
229
230
231
232
233
234
235
236
237
238
239
240
241
242
243
244
245
246
247
248
249
250
251
252
253
254
255
256
257
258
259
260
261
262
263
264
265
266
267
268
269
270
271
272
273
274
275
276
277
278
279
280
281
282
283
284
285
286
287
288
289
290
291
292
293
294
295
296
297
298
299
300
301
302
303
304
305
306
307
308
309
310
311
312
313
314
315
316
317
318
319
320
321
322
323
324
325
326
327
328
329
330
331
332
333
334
335
336
337
338
339
340
341
342
343
344
345
346
347
348
349
350
351
352
353
354
355
356
357
358
359
360
361
362
363
364
365
366
367
368
369
370
371
372
373
374
375
376
377
378
379
380
381
382
383
384
385
386
387
388
389
390
391
392
393
394
395
396
397
398
399
400
401
402
403
404
405
406
407
408
409
410
411
412
413
414
415
416
417
418
419
420
421
422
423
424
425
426
427
428
429
430
431
432
433
434
435
436
437
438
439
440
441
442
443
444
445
446
447
448
449
450
451
452
453
454
455
456
457
458
459
460
461
462
463
464
465
466
467
468
469
470
471
472
473
474
475
476
477
478
479
480
481
482
483
484
485
486
487
488
489
490
491
492
493
494
495
496
497
498
499
500
501
502
503
504
505
506
507
508
509
510
511
512
513
514
515
516
517
518
519
520
521
522
523
524
525
526
527
528
529
530
531
532
533
534
535
536
537
538
539
540
541
542
543
544
545
546
547
548
549
550
551
552
553
554
555
556
557
558
559
560
561
562
563
564
565
566
567
568
569
570
571
572
573
574
575
576
577
578
579
580
581
582
583
584
585
586
587
588
589
590
591
592
593
594
595
596
597
598
599
600
601
602
603
604
605
606
607
608
609
610
611
612
613
614
615
616
617
618
619
620
621
622
623
624
625
626
627
628
629
630
631
632
633
634
635
636
637
638
639
640
641
642
643
644
645
646
647
648
649
650
651
652
653
654
655
656
657
658
659
660
661
662
663
664
665
666
667
668
669
670
671
672
673
674
675
676
677
678
679
680
681
682
683
684
685
686
687
688
689
690
691
692
693
694
695
696
697
698
699
700
701
702
703
704
705
706
707
708
709
710
711
712
713
714
715
716
717
718
719
720
721
722
723
724
725
726
727
728
729
730
731
732
733
734
735
736
737
738
739
740
741
742
743
744
745
746
747
748
749
750
751
752
753
754
755
756
757
758
759
760
761
762
763
764
765
766
767
768
769
770
771
772
773
774
775
776
777
778
779
780
781
782
783
784
785
786
787
788
789
790
791
792
793
794
795
796
797
798
799
800
801
802
803
804
805
806
807
808
809
810
811
812
813
814
815
816
817
818
819
820
821
822
823
824
825
826
827
828
829
830
831
832
833
834
835
836
837
838
839
840
841
842
843
844
845
846
847
848
849
850
851
852
853
854
855
856
857
858
859
860
861
862
863
864
865
866
867
868
869
870
871
872
873
874
875
876
877
878
879
880
881
882
883
884
885
886
887
888
889
890
891
892
893
894
895
896
897
898
899
900
901
902
903
904
905
906
907
908
909
910
911
912
913
914
915
916
917
918
919
920
921
922
923
924
925
926
927
928
929
930
931
932
933
934
935
936
937
938
939
940
941
942
943
944
945
946
947
948
949
950
951
952
953
954
955
956
957
958
959
960
961
962
963
964
965
966
967
968
969
970
971
972
973
974
975
976
977
978
979
980
981
982
983
984
985
986
987
988
989
990
991
992
993
994
995
996
997
998
999
1000

[illegible][illegible]

(81)

2, 2', 2''- ニトリロ 〔トリエチルニトリス(3, 3', 5, 5'-
テトラ- プチル-1, 1'-ビフェニル-2, 2'-ジ-)] ホ
スファイトなど。

【0082】また特に好ましい紫外線吸収剤としては、
以下のものが挙げられ、これらは2種以上使用し得る。
フェニル サリシレート、4-アブチルフェニル サリシ
レート、2, 4-ジ-アブチルフェニル 3', 5'-ジ-ブチ
ル-1'-ヒドロキシベンゾエート、4-オクチルフェニル
サリシレート、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2-
ヒドロキシ-2-メチルベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-
4-オクチルベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4-
メチルベンゾフェノン、ビス(5-ベンゾイル-4-ヒド
ロキシ-2-メチルフェニル)メタン、2, 2', 4, 4'-テ
トラヒドロキシベンゾフェノン、2-(2-ヒドロキシ-5-メ
チルフェニル)ベンゾイルゾール、2-(3', 5'-ジ-
ブチル-2'-ヒドロキシフェニル)ベンゾイルゾール、
2-(5'-1'-ブチル-2'-ヒドロキシフェニル)ベンゾイル
ゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-1'-オクチルフェニル)ベ
ンゾイルゾール、2-(3'-1'-ブチル-2'-ヒドロキシ-5'-
メチルフェニル)-6-オクチルベンゾイルゾール、2-(3'-
s-ブチル-2'-ヒドロキシ-5'-1'-ブチルフェニル)ベン
ゾイルゾール、2-(2'-ヒドロキシ-4'-オクチルオキシ
フェニル)ベンゾイルゾール、2-(3', 5'-ジ-1'-アミ
ル-2'-ヒドロキシフェニル)ベンゾイルゾール、2-
[(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ビス(α, α-ジメチルベンジ

【0083】また特に好ましく光安定剤としては、以下のものが挙げられ、これらは通常以上使用し得る。ビス(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル) セバケート(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル) ビス(2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル) セバケート、ビス(4-オクシジェン-2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル) セバケート、ビス(4-ベンジロキシル-2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル) セバケート、ビス(4-ベンジロキシル-2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル) セバケート、ビス(4-シクロヘキサロキシル-2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル) セバケート、ビス(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル) 2-(3,5-ジ-1-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2-プサルマロネート、ビス(1-アクリル-2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル)-2,2,6,6-テトラメチル-4-ヒドロキシベンジル)-2-プサルマロネート、ビス(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル) スズジネート、2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル メタクリレート、4-[3-(3,5-ジ-1-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)-2-ヒドロキシエチル] プロピロキシアセチル-1-[2-(3-(3,5-ジ-1-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)-2-メチル-2-(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジン、2-メチル-2-(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジン) アミノ酸(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリル) プロピオンアミド、テトラキス(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリル) 1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシレート。

(18)

³⁴⁾ 【0084】テトラキス(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ヒ
ペリジル) 1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシレート、
2,2,3,4-ブタンテトラカルボン酸と1,2,2,6,6-ペンタ
メチルジエチレングリコールおよびトリデカノールの混
合エステル、ヘビシジオールおよびトリデカノールとの混
合エステル、1,2,3,4-ブタンテトラカルボン酸と2,
2,2,6,6,6-ヘキサフルオロ-4-ヘビシジエチレン
アルコールおよび3,9-ビス(2,2,6,6-ペンタメチル-4-ヘビシジエ
ン)ホルオールを含む3,9-ビス(2,2,6,6-ペンタメチル-4-ヘビシジエ
ン)-2,4,10-テトラオキスピロ[5・5]デカン化合物、1,2,3,4-ブタンテ
トラカルボン酸の混合エステル化合物、1,2,3,4-ブタンテトラカルボン酸
の混合エステル化合物、1,2,3,4-ブタンテトラカルボン酸
と2,2,2,6,6,6-ヘキサフルオロ-4-ヘビシジオールおよび3,9-
ビス(2,2,6,6-ペンタメチル-4-ヘビシジエチレン)-2,4,10-
テトラオキスピロ[5・5]デカン化合物、1,2,3,4-ブタンテトラカルボン酸
とヘビシジエチレンアルコールとの混合エステル化合物、ジメチル
サクシネートと(1'-ヒドロキシエチル)-2,4,10-テトラオキスピロ[5・5]
デカン化合物、ポリ[(6-メルトリノ-1,3,5-トリアジン-
2,4,7-ジイル)(2,2,6,6-ペンタメチル-4-ヘビシジエ
ンの重縮合物)、ポリ[(6-メルトリノ-1,3,5-トリアジン-
2,4,7-ジイル)(2,2,6,6-ペンタメチル-4-ヘビシジエ
ン) イミノ] ヘキササチラズ(2,2,6,6-ペンタメチル-4
ヘビシジエニル イミノ) 、ポリ[(6-(1,1,3,3-テトラ
メチルプロピル)-1,3,5-トリアジン-2,4-ジイル) (2,2,
2,6,6,6-ペンタメチル-4-ヘビシジエニル) イミノ] ヘキサメチ
ルイミド(2,2,6,6-ペンタメチル-4-ヘビシジエニル) イミ
ド) など。

【0085】 重リン酸エステル類 (1)、あるいは必要に応じて使用されるその他の添加剤を有機材料に配合することにあたっては、物質は該化合物を得るための公知のあらゆる方法および装置を用いることができる。例えば有機材料が固体ポリマーである場合は、重リン酸エステル類 (1) あるいはさらにはその他の添加剤を、その固体ポリマーに直接ドライブレインドすることもできる、またポリマーに直接ドライブレインドするさらにはその他の添加剤を、マスマスターベッチの形で、固体ポリマーに配合することもできる。有機材料が液体ポリマーである場合はその他、重リン酸エステル類 (1) あるいはさらにはその他の添加剤を、重リン酸エステル類 (1) あるいはさらにはその他の添加剤を溶解した液体などの液体と混合することでもできる。一方、有機材料が液体である場合は、重リン酸エステル類 (1) あるいはさらにはその他の添加剤を直接添加して溶解させることもできる、また重リン酸エステル類 (1) あるいはさらにはその他の添加剤を液状媒体に溶解させた状態で添加することでもできる。

【0086】 本発明の帯引性エステル類(1)は、各種ポリオレフィン化合物との熱可塑性樹脂をはじめとする各種有機材料の安定剤として優れた性能を有し、この化合物を含有せしめた有機材料は製造時、加工時、さらには使用時の熱劣化および酸化劣化等に対して安定であり、高品質の製品となる。

(21)

39

質量分析値 (FD-MS) : 590

[0107] 実施例11 : 2,4,8,10-テトラ-1-ブチル

-6-[3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキシフェニル]プロ

ピロキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,3,2] ジオキサホ

シン (化合物11) の製造

実施例9において、3,3',5,5'-テトラ-1-ブチルビフェ

ニル-2,2'-ジオールの代わりに2,2'-メチレンビス(4,6

-ジ-1-ブチルフェノール) 12g、3-(3-1-ブチル-4-

ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プロパノールの代わり

に、3-(3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プ

ロパノール 7.5g を用いる以外は、実施例9に準拠し、

白色結晶を得た。

質量分析値 (FD-MS) : 717

[0108] 実施例12 : 2,10-ジエチル-4,8-ジ-1-

ブチル-6-[3-(3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキシフェニ

ル) プロピキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,3,2] ジオキサホ

スホシン (化合物12) の製造

実施例9において、3,3',5,5'-テトラ-1-ブチルビフェ

ニル-2,2'-ジオールの代わりに2,2'-メチレンビス(6-1

-ブチル-4-エチルフェノール) 12g、三塩化リン 4.5

g、トリエチルアルミン 7.2g を用いて反応、冷却後、3-(3

-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プロパ

ノールの代わりに3-(3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキシ

フェニル) プロパノール 8.6g、トリエチルアルミン 3.6g を

加えて反応する以外は、実施例9に準拠して実施し白色

結晶を得た。

質量分析値 (FD-MS) : 661

[0109] 実施例13 : 2,4,8,10-テトラ-1-ブチル

-6-[2,2-ジメチル-3-(3-1-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メ

チルフェニル) プロピキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,3,2] ジ

オキサホスフェニン (化合物13) の製造

実施例9において、3,3',5,5'-テトラ-1-ブチルビフェ

ニル-2,2'-ジオールを13g、三塩化リン 4.3g、トリエ

チルアルミン 4.3g を用いて反応、冷却後、3-(3-1-ブチル

-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プロパノールの代

わりに2,2-ジメチル-3-(3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキ

シフェニル) プロパノール 7.9g、トリエチルアルミン 3.5g

を加えて反応する以外は、実施例9に準拠して実施し白

色結晶を得た。

(22)

41

ハイドロタルサイト

供試安定剤

化-1 : 化合物1 (実施例1で製造)

化-2 : 化合物2 (実施例2で製造)

化-3 : 化合物3 (実施例3で製造)

化-4 : 化合物4 (実施例4で製造)

化-5 : 化合物5 (実施例5で製造)

化-6 : 化合物6 (実施例6で製造)

化-7 : 化合物7 (実施例7で製造)

化-8 : 化合物8 (実施例8で製造)

化-9 : 化合物9 (実施例9で製造)

M-1 : 化合物9 (実施例9で製造) とトリ-1-プロ

パノールアミンとの99:1配合物 (重量比)

P-1 : 2,10-ジメチル-4,8-ジ-1-ブチル-6-[2-

3-(3-1-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プ

ロ

供試化合物

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

加工安定性

(22)

42

* ロビオニルオキシ-エトキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,

3,2] ジオキサホスホシン

P-2 : 2,4,8,10-テトラ-1-ブチル-6-[2-(3-

3,5-ジ-1-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピ

オキシ] エトキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,3,2] ジオ

キサホスホシン

[0114] 30mmφの車軸押出機を用い、上記配合物を

250℃で溶融混練してペレット化した。得られたペレ

ットをラボプラストミルを用いて、窒素雰囲気下、240

℃、100rpmで混練し、気流によるトルクが最大となる

時間 (ゲルアップタイム、分) を測定して、結果を表

2に示した。ゲルアップタイムが長い程、混練時の架

橋が抑制され、加工安定性に優れることを意味する。

[0115]

[表2]

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

例

(21)

40

* 質量分析値 (FD-MS) : 688

[0110] 実施例14 : ポリプロピレンの熱安定化試

験

(配 合)

ポリプロピレン (ブロック)

ステアリン酸カルシウム

供試安定剤

化-1 : 化合物1 (実施例1で製造)

化-2 : 化合物2 (実施例2で製造)

化-3 : 化合物3 (実施例3で製造)

化-4 : 化合物4 (実施例4で製造)

化-5 : 化合物5 (実施例5で製造)

化-6 : 化合物6 (実施例6で製造)

化-7 : 化合物7 (実施例7で製造)

化-8 : 化合物8 (実施例8で製造)

化-9 : 化合物9 (実施例9で製造)

化-10 : 化合物10 (実施例10で製造)

化-11 : 化合物11 (実施例11で製造)

化-12 : 化合物12 (実施例12で製造)

化-13 : 化合物13 (実施例13で製造)

M-1 : 化合物9 (実施例9で製造) とトリ-1-プロ

パノールアミンとの99:1配合物 (重量比)

P-1 : 2,10-ジメチル-4,8-ジ-1-ブチル-6-[2-

3-(3-1-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プ

ロビオニルオキシ-エトキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,

3,2] ジオキサホスホシン

P-2 : 2,4,8,10-テトラ-1-ブチル-6-[2-(3-

3,5-ジ-1-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピ

オキシ] エトキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,3,2] ジ

オキサホスホシン

[0111] 30mmφの車軸押出機を用い、上記配合物を

250℃で溶融混練してペレット化した。得られたペレ

ットをメルトインデクサーを用いて、350℃、荷重2160g

、停留時間5分でMFR (2/10分) を測定して、結果

を表1に示した。MFRが小さい程、加工安定性に優れ

ることを意味する。

[0112]

[表1]

(21)

39

質量分析値 (FD-MS) : 590

[0107] 実施例11 : 2,4,8,10-テトラ-1-ブチル

-6-[3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキシフェニル]プロ

ピロキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,3,2] ジオキサホ

シン (化合物11) の製造

実施例9において、3,3',5,5'-テトラ-1-ブチルビフェ

ニル-2,2'-ジオールの代わりに2,2'-メチレンビス(4,6

-ジ-1-ブチルフェノール) 12g、3-(3-1-ブチル-4-

ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プロパノールの代わり

に、3-(3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プ

ロパノール 7.5g を用いる以外は、実施例9に準拠し、

白色結晶を得た。

質量分析値 (FD-MS) : 717

[0108] 実施例12 : 2,10-ジエチル-4,8-ジ-1-

ブチル-6-[3-(3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキシフェニ

ル) プロピキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,3,2] ジオキサホ

スホシン (化合物12) の製造

実施例9において、3,3',5,5'-テトラ-1-ブチルビフェ

ニル-2,2'-ジオールの代わりに2,2'-メチレンビス(6-1

-ブチル-4-エチルフェノール) 12g、三塩化リン 4.5

g、トリエチルアルミン 7.2g を用いて反応、冷却後、3-(3

-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プロパ

ノールの代わりに3-(3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキシ

フェニル) プロパノール 8.6g、トリエチルアルミン 3.6g を

加えて反応する以外は、実施例9に準拠して実施し白色

結晶を得た。

質量分析値 (FD-MS) : 661

[0109] 実施例13 : 2,4,8,10-テトラ-1-ブチル

-6-[2,2-ジメチル-3-(3-1-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メ

チルフェニル) プロピキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,3,2] ジ

オキサホスフェニン (化合物13) の製造

実施例9において、3,3',5,5'-テトラ-1-ブチルビフェ

ニル-2,2'-ジオールを13g、三塩化リン 4.3g、トリエ

チルアルミン 4.3g を用いて反応、冷却後、3-(3-1-ブチル

-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プロパノールの代

わりに2,2-ジメチル-3-(3,5-ジ-ブチル-4-ヒドロキ

シフェニル) プロパノール 7.9g、トリエチルアルミン 3.5g

を加えて反応する以外は、実施例9に準拠して実施し白

色結晶を得た。

(21)

40

* 質量分析値 (FD-MS) : 688

[0110] 実施例14 : ポリプロピレンの熱安定化試

験

(配 合)

ポリプロピレン (ブロック)

ステアリン酸カルシウム

供試安定剤

化-1 : 化合物1 (実施例1で製造)

化-2 : 化合物2 (実施例2で製造)

化-3 : 化合物3 (実施例3で製造)

化-4 : 化合物4 (実施例4で製造)

化-5 : 化合物5 (実施例5で製造)

化-6 : 化合物6 (実施例6で製造)

化-7 : 化合物7 (実施例7で製造)

化-8 : 化合物8 (実施例8で製造)

化-9 : 化合物9 (実施例9で製造)

化-10 : 化合物10 (実施例10で製造)

化-11 : 化合物11 (実施例11で製造)

化-12 : 化合物12 (実施例12で製造)

化-13 : 化合物13 (実施例13で製造)

M-1 : 化合物9 (実施例9で製造) とトリ-1-プロ

パノールアミンとの99:1配合物 (重量比)

P-1 : 2,10-ジメチル-4,8-ジ-1-ブチル-6-[2-

3-(3-1-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プ

ロビオニルオキシ-エトキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,

3,2] ジオキサホスホシン

P-2 : 2,4,8,10-テトラ-1-ブチル-6-[2-(3-

3,5-ジ-1-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピ

オキシ] エトキシ-12H-ジベンゾ [d,g] [1,3,2] ジ

オキサホスホシン

[0111] 30mmφの車軸押出機を用い、上記配合物を

250℃で溶融混練してペレット化した。得られたペレ

ットをメルトインデクサーを用いて、350℃、荷重2160g

、停留時間5分でMFR (2/10分) を測定して、結果

を表1に示した。MFRが小さい程、加工安定性に優れ

ることを意味する。

[0112]

(23)

43
(0119) 実施例17: ナイロンの熱安定性試験
(配 合) ニロキシジ エトキシ - ジベンゾ [d,f][1,3,2] ジオキサスフエピン
水酸化ナイロン6 1.00重量部
供試安定剤 1重量部
化-1 : 化合物1 (実施例1で製造)
化-2 : 化合物2 (実施例2で製造)
化-9 : 化合物9 (実施例9で製造)
化-10 : 化合物10 (実施例10で製造)
化-13 : 化合物13 (実施例13で製造)
P-3 : 2,4,8,10- テトラ-1- プチル-5- [2-(3-⁴⁴ 10 〔表4〕
1-ブチル-4- ヒドロキシ-5- メチルフェニル) プロピオ

実 施 例					比 較 例	
1	2	3	4	5	1	2
供試化合物	化-1	化-2	化-9	化-10	化-13	-
トル 量 (kg)	56	40	42	54	42	22
						33

44
ニロキシジ エトキシ - ジベンゾ [d,f][1,3,2] ジオキサスフエピン
〔0120〕上記配合物をドライブレンドにて溶解した後、ラボプラストミルを用いて、300℃、80rpmで5分間混練し、5分後のトルク値を表4に示した。ナイロン6は、劣化により分解してトルク値が低下するため、5分後のトルク値が高い程、加工安定性に優れることを意味する。
〔0121〕
〔表4〕

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6 識別記号 F I C 0 9 K 15/32 C

(72)発明者 貞田 隆
千葉県市原市御崎海岸5番1 住友化学工業株式会社内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.